

N° d'enregistrement

au C.N.R.S.

A.O. 5220

A R T I C L E P R I N C I P A L

Recouvrant en partie

LA THESE DE DOCTORAT ES SCIENCES Physiques

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES

DE PARIS

par

M. BISCONDI

pour obtenir

le grade de Docteur Es-Sciences

Sujet de la thèse : FLUAGE INTERGRANULAIRE DE BICRISTAUX ORIENTES D'ALUMINIUM

Soutenue le 27 Janvier 1971 devant la Commission d'Examen

MM. G. CHAUDRON Président

J. TALBOT

P. LACOMBE Examineurs

C. GOUX

N° d'enregistrement
au C.N.R.S.

ARTICLE PRINCIPAL

Recouvrant en partie

LA THESE DE DOCTORAT ES SCIENCES Physiques

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES
DE PARIS

par

M. BISCONDI

pour obtenir

le grade de Docteur Es-Sciences

Sujet de la thèse : FLUAGE INTERGRANULAIRE DE BICRISTAUX ORIENTES D'ALUMINIUM

Soutenue le 27 Janvier 1971 devant la Commission d'Examen

MM. G. CHAUDRON Président

J. TALBOT

P. LACOMBE Examineurs

C. GOUX



Fluage intergranulaire de bicristaux orientés d'aluminium^(*)

par M. BISCONDI, C. GOUX (**)

RÉSUMÉ

Dans le but de préciser la structure des joints de grains, nous avons soumis des bicristaux d'aluminium orientés avec précision à un fluage par cisaillement dans le plan de joint. La mesure du fluage intercrystallin étant faite soit en continu, soit de façon globale en fin d'essai, l'influence de divers facteurs sur ce phénomène a été étudiée. En particulier, deux types de fluage ont été mis en évidence selon la présence ou l'absence d'une période d'incubation.

INTRODUCTION

Depuis longtemps (1), on sait que dans un polycristal déformé à haute température, il se produit un cisaillement macroscopique sur la surface commune aux deux grains, appelé glissement intergranulaire. De nombreux travaux [(2) à (12)] ont déjà été consacrés à l'étude du fluage intercrystallin sur des bicristaux. Les résultats sont souvent peu concordants et sans doute cela est-il dû, en partie du moins, à ce que les orientations des cristaux et du joint les séparant n'étaient pas toujours déterminées à l'avance avec précision, ni même très bien définies.

Notre contribution personnelle à l'étude du fluage intergranulaire tient justement au fait que nous avons utilisé des bicristaux préorientés soigneusement. De plus et c'est du reste le but que nous nous étions proposés à long terme, il est alors possible d'établir un lien entre l'aptitude au fluage d'un joint de grains et la structure de ce dernier. L'interprétation théorique des phénomènes observés dans le présent travail est en cours d'étude et nous ne pouvons présenter dès maintenant un ensemble cohérent. Il s'agira donc essentiellement de résultats expérimentaux dans cet article, qui comprendra trois parties :

- un exposé des méthodes expérimentales mises en œuvre;
- l'étude de l'influence des conditions d'expérience (température, contrainte imposée), qui conduit à admettre l'existence de deux modes de fluage intergranulaire;
- l'étude de l'influence de la structure du joint (désorientation du bicristal, pureté du métal de base).

I. — TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

1) Les éprouvettes.

Nous avons utilisé des bicristaux de flexion symétriques, préparés à partir de germes, par fusion et solidification lente sous vide (13), dont les orientations sont imposées à $\pm 15'$ près. La figure 1 représente un tel bicristal : on reconnaît les deux cristaux, séparés par le joint, proche du plan de symétrie pour les deux réseaux. Ce plan contient l'axe de désorientation Δ , ici sensiblement parallèle à l'axe longitudinal du bicristal. Sauf précisions contraires, il ne sera question dans le présent travail que de bicristaux d'axe commun $\langle 100 \rangle$, préparés à partir d'aluminium de titre conventionnel 99,99 %.

Des éprouvettes de 12 à 15 mm de longueur sont découpées électrolytiquement dans une plaquette bicristalline, dont on élimine le tiers solidifié en dernier lieu, car sa structure est généralement moins bonne (sous-

(*) Communication présentée aux Journées d'Automne de la Société française de Métallurgie, Paris (octobre 1966). Manuscrit remis le 25 octobre 1967.

(**) Ecole Nationale Supérieure des Mines, Laboratoire de Métallurgie, Saint-Etienne.

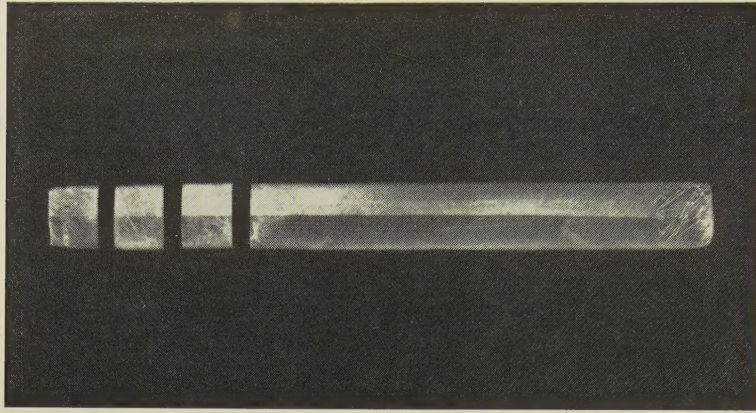


Fig. 1. — Bicristal d'aluminium dans lequel ont été découpées électrolytiquement trois éprouvettes.

structures de fusion plus nombreuses, taux d'impuretés plus élevé). La surface du joint est évaluée à 2 % près, après une attaque macrographique de l'échantillon et un éventuel polissage électrolytique.

2) Conditions générales des essais.

Une éprouvette est montée dans le dispositif schématisé sur la figure 2. Chaque partie monocristalline est serrée dans une mordache parallèle au plan de joint, de manière à laisser libre une zone de 3 mm de largeur environ contenant le joint. L'ensemble ainsi monté est placé dans un four horizontal ou vertical, à atmosphère normale, dont la température est connue à 2 ou 3 °C près. Une des mordaches est liée à un point fixe; à l'autre, est appliquée la force constante choisie, une fois que l'éprouvette est à la température désirée.

La force exercée, sensiblement parallèle au plan de joint, produit un glissement relatif des deux parties du bicristal au niveau du joint (fig. 3), sans qu'il y ait une flexion ou une torsion importante. Elle est toujours choisie assez faible pour que le fluage de la masse des cristaux reste très limité et de toute manière négligeable vis-à-vis du fluage intercrystallin.

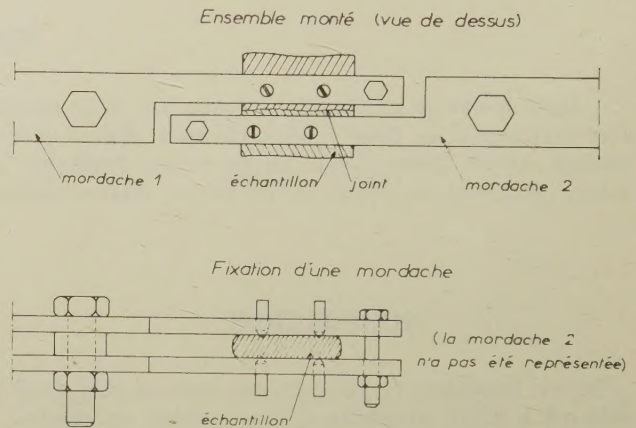


Fig. 2. — Schéma de montage d'une éprouvette dans les mordaches de cisaillement.

D'une manière générale, nous avons opéré dans le domaine de températures 400-650 °C, avec des contraintes faibles, limitées à 50 gf/mm² de joint; les durées des essais sont relativement courtes, toujours inférieures à trois heures.

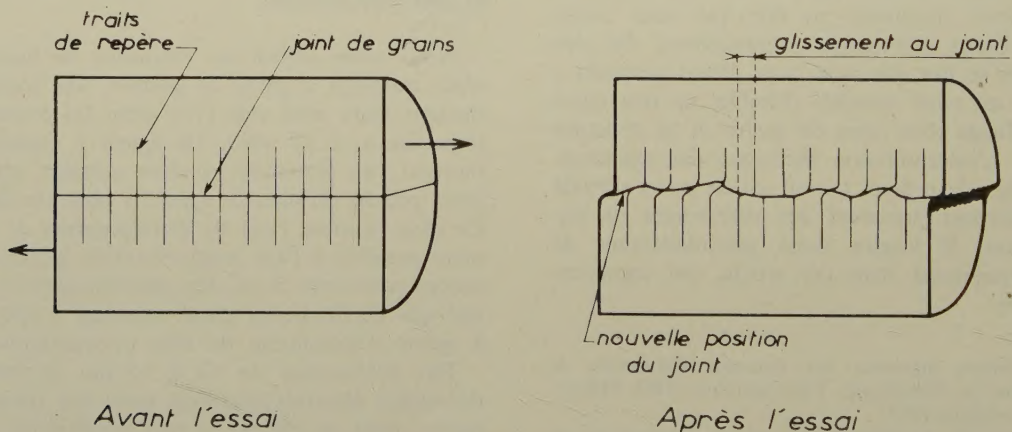


Fig. 3. — Schéma d'une éprouvette avant et après l'essai de fluage.

3) Mesures du fluage global en fin d'essai.

Selon l'importance du glissement à mesurer, deux méthodes ont été employées.

Méthode des traits de repère.

Elle est utilisable dès que le fluage dépasse 5μ . Avant l'essai, les grandes faces du bicristal sont scarifiées légèrement, à l'aide d'une lame de rasoir, d'une douzaine de traits à peu près équidistants et perpendiculaires au joint (fig. 3). Après le fluage, les décalages subis par les traits de repère au niveau du joint sont mesurés au microscope (fig. 4) et la moyenne de ces glissements est retenue comme résultat de l'essai. En outre, à titre de contrôle, la hauteur de la marche qui apparaît sur les faces de l'éprouvette normales au glissement (fig. 3) est mesurée par différence de mise au point du microscope d'un côté, puis de l'autre côté de la marche, au voisinage de cette dernière.

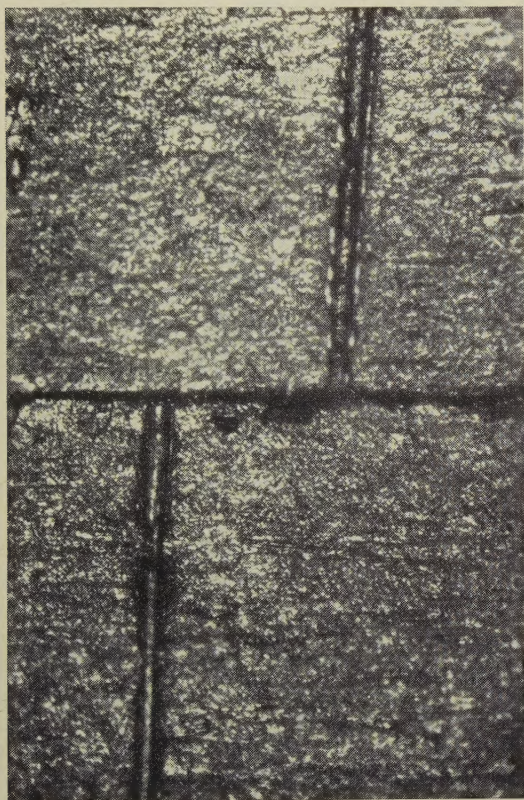


Fig. 4. — Micrographie sur éprouvette brute montrant un trait de repère décalé de 120μ environ après fluage. $\times 200$.

Méthode interférométrique.

Elle est employée chaque fois que le glissement est trop faible pour que la méthode des traits de repère soit utilisable. Avant l'essai, l'échantillon est poli électrolytiquement au bain acéto-perchlorique de Jacquet. Après fluage, les faces de l'éprouvette normales au glissement

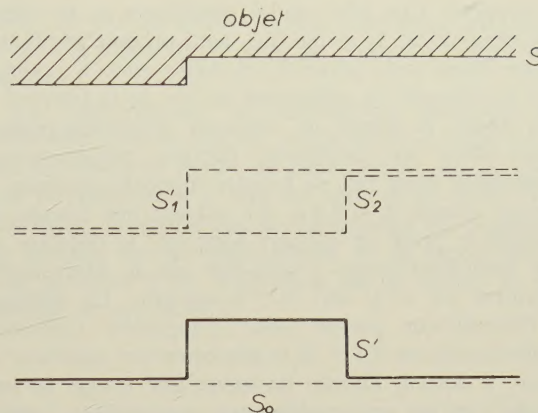


Fig. 5. — Principe de l'interféromètre à deux ondes polarisées.

sont observées au voisinage de la marche avec un microscope équipé d'un interféromètre à deux ondes polarisées (14). Le principe de l'appareil est rappelé sommairement par la figure 5. Dans le cas nous intéressant, la surface-objet est constituée de deux demi-plans parallèles de niveaux différents et on se propose de mesurer cette dénivellation d . Cette surface S donne naissance dans l'espace image à deux ondes S'_1 et S'_2 constituées de deux demi-plans séparés par la hauteur $2d$, superposées et décalées d'une quantité constante, caractéristique

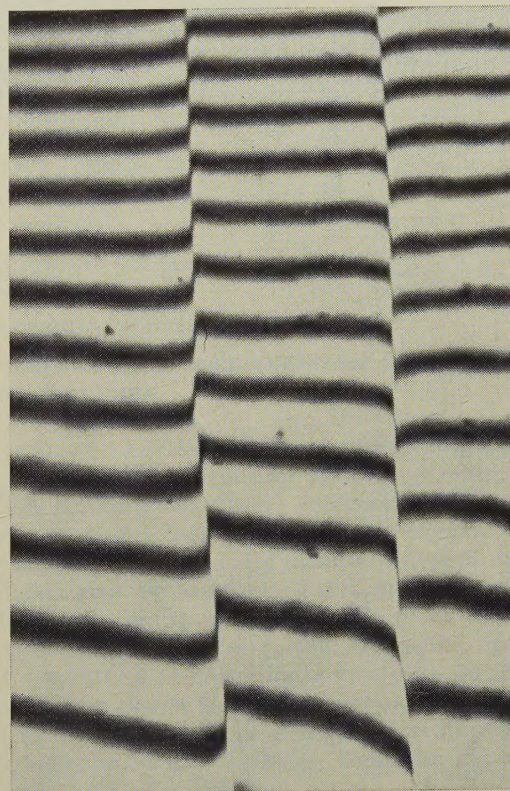


Fig. 6. — Interférogramme réalisé en lumière monochromatique jaune. On note au niveau du joint un décalage d'un demi-interfrange.

de l'appareil. Ces deux ondes interfèrent et le phénomène observé est le même que celui produit par l'interférence d'une onde plane S_0 et d'une onde S' , dont le profil en créneau est représenté au bas de la figure 5.

La figure 6 donne un exemple d'interférogramme obtenu dans les conditions décrites précédemment, l'éclairement étant fait en lumière monochromatique de longueur d'onde $\lambda \sim 0,6 \mu$. En suivant une frange, on reconnaît le profil en créneau annoncé; le décalage est d'une demi-interfrange, c'est-à-dire que la dénivellation à mesurer est $\lambda/4$, soit $0,15 \mu$ environ. La méthode interférométrique permet donc d'apprécier facilement des glissements de $0,1 \mu$. Si le glissement est supérieur au micron, il devient difficile de suivre une frange au passage du joint sur un interférogramme réalisé en lumière monochromatique; il est aisé de repérer la frange centrale en illuminant l'objet en lumière blanche, puis d'effectuer un comptage de franges en lumière monochromatique.

4) Mesure du fluage en continu.

Il nous a paru intéressant de connaître les premiers stades du fluage, la vitesse initiale du phénomène en particulier et pour cela, nous avons mis au point un montage différentiel permettant l'enregistrement. La figure 7 le représente schématiquement. L'éprouvette est serrée dans des mordaches analogues à celles représentées sur la figure 2; l'une est fixée au bâti, l'autre est mobile et soumise à une force f parallèle au joint de grains. L'appareil de mesure est un capteur potentiométrique, rendu solidaire de la mordache fixe par un ressort et par l'intermédiaire de la tige de silice supérieure. Le palpeur est sollicité par la tige de silice inférieure en appui sur la mordache mobile, de sorte que le capteur mesure le déplacement relatif des deux mordaches au niveau de l'éprouvette. Ce capteur, très stable par nature, d'une sensibilité $1,6 \mu$, est relié à un appareil enregistreur.

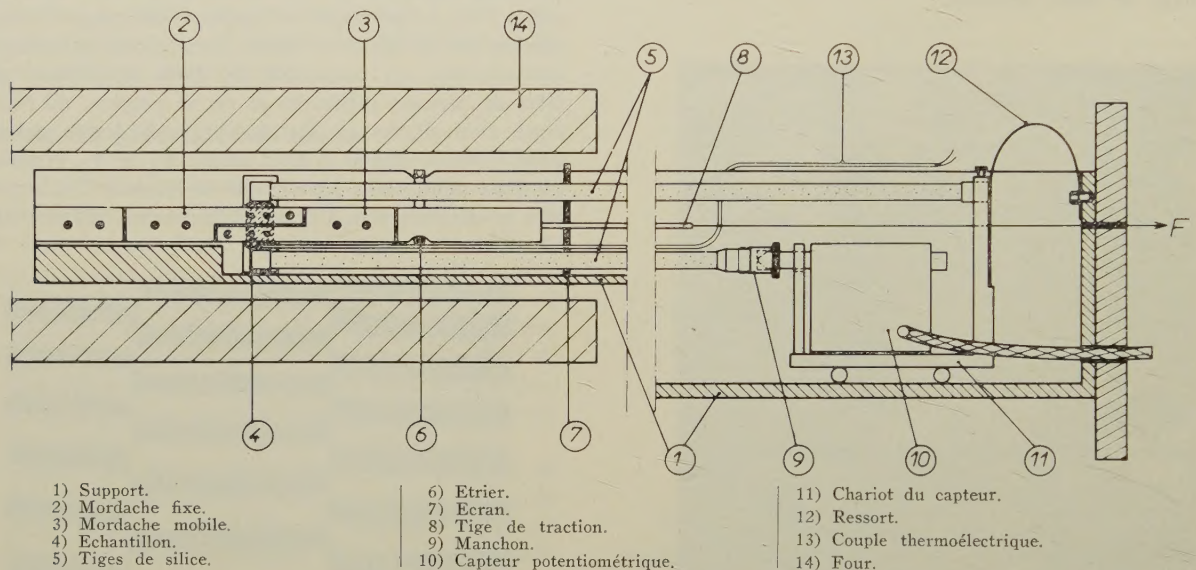


Fig. 7. — Schéma du dispositif permettant d'enregistrer le fluage intergranulaire.

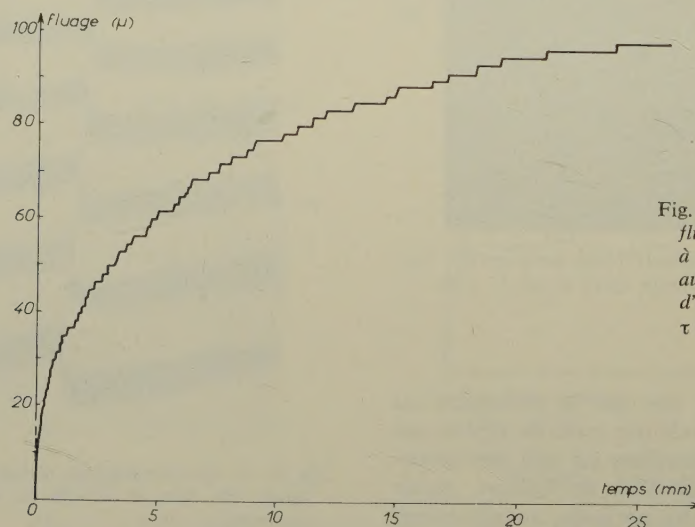


Fig. 8. — Exemple de courbe de fluage enregistrée. Elle est relative à un bicristal désorienté de 50° autour de $\langle 100 \rangle$; les conditions d'expérience sont $\theta = 580^\circ \text{C}$, $\tau = 20 \text{ gf/mm}^2$.

La figure 8 reproduit un enregistrement effectué lors d'un essai de fluage. On remarquera que la courbe est constituée d'une succession de gradins : chaque gradin, dont la hauteur représente $1,6 \mu$, correspond au passage du curseur sur une spire du potentiomètre de mesure. On notera en outre que la vitesse de fluage est ici considérable pendant les premières secondes et qu'elle diminue rapidement avec le temps.

Après chaque expérience nous vérifions que le déplacement enregistré est bien dû au seul fluage intergranulaire et n'est pas perturbé par un fluage de la masse des cristaux ou par un déplacement accidentel. A cette fin, le fluage final enregistré est comparé au fluage mesuré directement après l'essai par l'une des méthodes décrites précédemment (§ 3) : en général l'accord est satisfaisant, l'écart étant inférieur à la précision de la mesure directe.

5) Remarques sur la migration du joint.

Comme cela a été souvent mentionné à propos de l'aluminium [(4) à (6)], nous avons noté que le fluage

joint. La photographie C enfin, représente une zone où le joint a migré rapidement au cours du fluage, à deux reprises.

Ces observations au microscope montrent qu'en dehors de la zone balayée par le joint, le métal ne porte pas de trace de lignes de déformation, ce qui prouve que le cisaillement a bien été localisé au joint. D'autre part nous noterons que ni l'amplitude de la migration en surface, en un point donné, ni la façon dont elle s'est produite n'ont d'influence sur la valeur du fluage mesuré en cet endroit.

II. — MISE EN ÉVIDENCE DE DEUX TYPES DE FLUAGE INTERGRANULAIRE

L'étude de l'influence des conditions expérimentales — température et valeur de la contrainte de cisaillement imposée au joint de grains — montre clairement qu'il existe deux types de fluage intergranulaire.

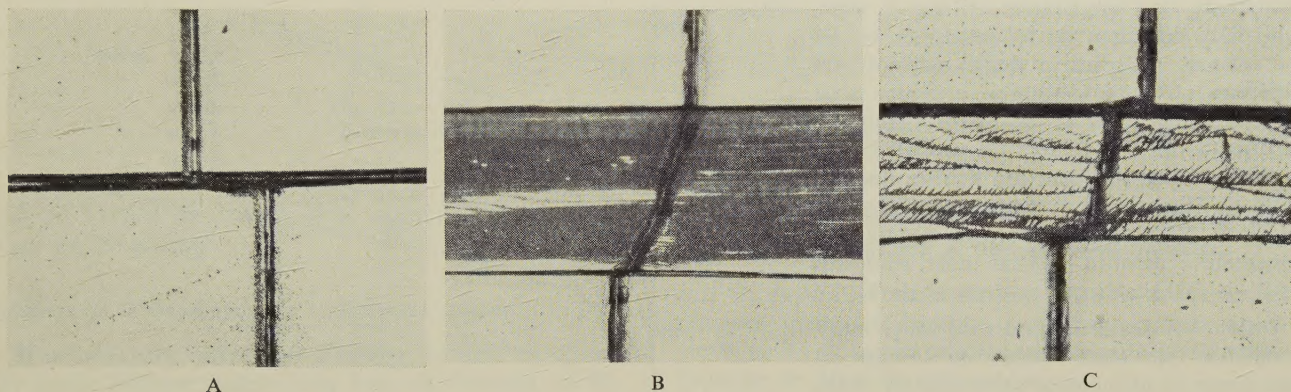


Fig. 9. — La migration du joint de grains qui se produit pendant le fluage est très variable d'un point à un autre sur une éprouvette donnée. $\times 140$

intergranulaire s'accompagne presque toujours d'une migration du joint, dans les conditions où nous avons opéré. Cette migration, observable uniquement à la surface libre de l'éprouvette, apparaît souvent comme très irrégulière le long du joint de grains.

La figure 9 montre quelques aspects de la zone entourant le joint de grains après fluage, le bicristal ayant été poli électrolytiquement avant l'essai. Les micrographies A, B et C ont été prises sur la même éprouvette : il s'agit d'un bicristal de désorientation 70° ayant subi un fluage de 30 mn à 550°C , sous la contrainte 20 gf/mm^2 . Sur la photographie A, on reconnaît un trait de repère décalé de 70μ environ au niveau du joint de grains, qui a très peu migré (5μ). La photographie B montre au contraire une zone où le joint a relativement beaucoup migré, sur une distance de 150μ environ; la migration s'est produite en même temps que le fluage, assez régulièrement, puisque le trait de marquage est dévié de façon continue dans la zone balayée par le

1) Influence de la température sur le fluage mesuré en fin d'essai.

La figure 10 relative à des bicristaux désorientés de 37° et 40° , montre l'influence de la température sur la vitesse moyenne de fluage intercrystallin V pendant 100 mn environ. Pour chaque type de bicristal et chaque température d'essai, les mesures ont porté sur une demi-douzaine d'échantillons. Les contraintes de cisaillement appliquées au joint ont été 20, 30 ou 40 gf/mm^2 selon la température; les résultats consignés figure 10 sont rapportés à la contrainte « standard » 30 gf/mm^2 , en supposant que la vitesse moyenne de fluage pendant 100 mn est proportionnelle à la contrainte exercée dans les conditions où nous opérons, hypothèse qui n'a pas été infirmée par l'expérience.

Outre l'influence très nette de la désorientation, sur laquelle nous reviendrons plus loin, les courbes de la figure 10 montrent qu'il existe, pour chacune des désori-

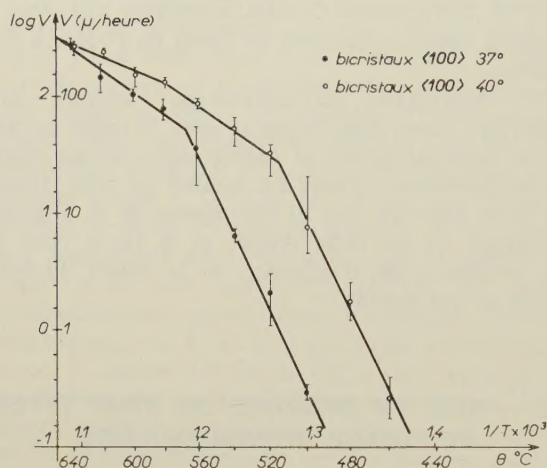


Fig. 10. — Influence de la température sur la vitesse moyenne de fluage pendant 100 mn, sous la contrainte $\tau = 30 \text{ gf/mm}^2$, de bicristaux désorientés de 37° et 40° .

orientations, une température critique θ_c séparant deux domaines de températures, où les mécanismes régissant le fluage doivent être différents. Ces températures critiques sont respectivement 570°C et 520°C pour les désorientations 37° et 40° . De part et d'autre de θ_c , $\log V$ est une fonction linéaire décroissante de l'inverse de la température absolue; on peut calculer des chaleurs d'activation apparentes: environ 32 kcal/mole au-dessus de θ_c et 100 kcal/mole au-dessous de θ_c .

L'existence des deux modes de fluage intergranulaire que nous venons de révéler est sans doute un phénomène assez général: nous avons obtenu des résultats analogues pour d'autres désorientations (Cf. III, 1 et 2).

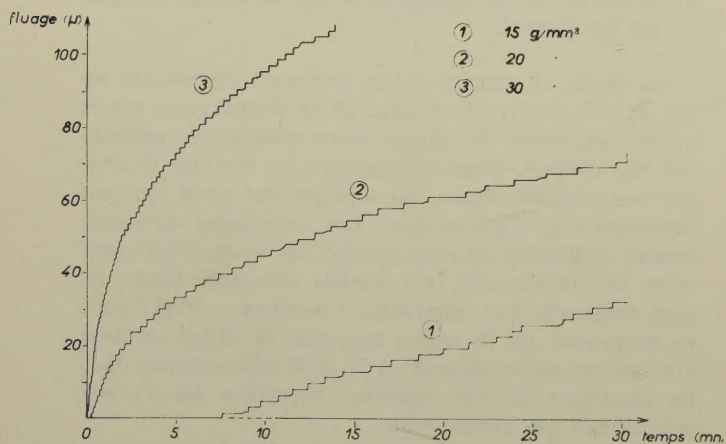


Fig. 12. — Mise en évidence d'une contrainte critique pour la désorientation 40° , à la température 560°C .

2) Contrainte, température & période d'incubation.

L'étude des premiers stades du fluage a montré que selon les conditions expérimentales, une période de fluage pratiquement nul peut s'écouler avant que le phénomène ait une vitesse appréciable. Si une telle éventualité a déjà été notée (5) et a même été à la base d'une interprétation théorique du fluage intergranulaire (3), elle n'a pas été étudiée en détail à notre connaissance.

Existence d'une contrainte critique τ_c à une température donnée.

La figure 11, copie d'enregistrements, montre, pour la désorientation 37° , l'influence de la contrainte de cisaillement sur le début du fluage à une température fixe. Pour les faibles charges, il existe un temps d'incubation qui décroît quand la contrainte augmente; à partir d'une certaine valeur (ici 12 gf/mm^2) que nous appellerons contrainte critique, ce temps s'annule pratiquement.

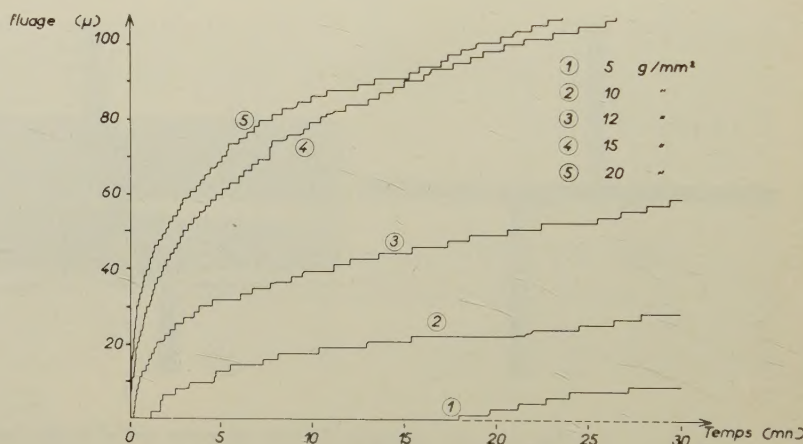


Fig. 11. — Mise en évidence d'une contrainte critique pour la désorientation 37° , à la température 620°C .

De même, la figure 12 montre qu'à 560°C par exemple, pour la désorientation 40° , il existe une contrainte critique de cisaillement (20 gf/mm^2) au-dessous de laquelle le fluage est précédé par une période d'incubation.

Les variations de la vitesse de fluage avec le temps et de la vitesse initiale avec la contrainte de cisaillement méritent une étude systématique qui est en cours et dont les résultats sont encore partiels. Nous noterons seulement de façon qualitative que la vitesse initiale croît rapidement avec la charge imposée, que la vitesse de fluage décroît dans le temps et que cette décélération semble d'autant plus rapide que la vitesse initiale est élevée. Ceci explique qu'au bout d'un temps relativement long, 100 mn par exemple, il nous soit apparu que le fluage est sensiblement proportionnel à la charge imposée, dans les conditions où nous opérons.

Existence d'une température critique pour une contrainte donnée.

De façon symétrique, en fixant la contrainte de cisaillement pour un type de bicristal donné, on peut mettre en évidence une température critique, au-dessous de laquelle il existe un temps d'incubation précédant la phase de fluage proprement dit. La figure 13 montre que pour la désorientation 50°, la température criti-

décroissance est peu marquée et qu'elle s'accroît pour les températures plus basses.

Pour chaque désorientation, la courbe $\tau_c(\theta)$ partage le plan (τ, θ) en deux régions. Au-dessus de la courbe, le fluage intergranulaire commence dès la mise en charge du bicristal. Au-dessous de la courbe, le fluage proprement dit est précédé d'une période d'incubation. Les mécanismes élémentaires qui interviennent dans les deux cas sont probablement différents.

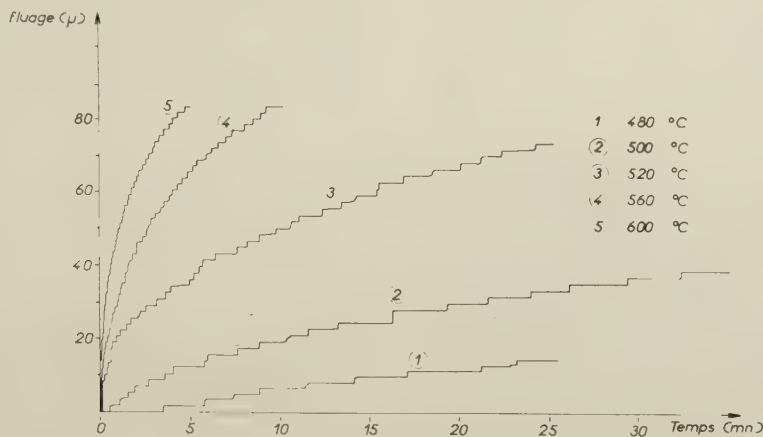


Fig. 13. — Mise en évidence d'une température critique pour la désorientation 50°, sous la contrainte de cisaillement 20 gf/mm²

que est voisine de 510 °C, si la contrainte de cisaillement est 20 gf/mm².

Influence de la température sur la contrainte critique.

Il nous a paru intéressant d'étudier la variation de la contrainte critique définie plus haut en fonction de la température. La figure 14 donne la variation de τ_c en fonction de θ , pour les désorientations 37° et 40° : elle montre que τ_c est fonction décroissante de la température, comme on pouvait s'y attendre ; on notera qu'aux températures proches de la température de fusion, cette

3) Corrélation entre les résultats des mesures des vitesses moyennes & des vitesses initiales.

Il est possible d'établir un lien entre les températures critiques mises en évidence par mesure d'une vitesse moyenne de fluage et les charges critiques révélées par l'analyse du début du phénomène.

Reportons-nous à la figure 15, relative aux désorientations 37° et 40°. Elle comporte en haut les courbes de la figure 14, où l'inverse de la température absolue a été porté en abscisse et en bas des courbes donnant, pour les deux désorientations, le logarithme de la vitesse moyenne de fluage pendant 100 mn en fonction de $1/T$, pour diverses contraintes de cisaillement. Précisons bien que pour ces dernières courbes les résultats expérimentaux n'ont pas été rapportés ici à une contrainte « standard » : il apparaît une température critique dépendant de la contrainte exercée.

Si l'on considère la contrainte $\tau = 30$ gf/mm² par exemple, elle représente la contrainte critique τ_c pour les désorientations 37° et 40° aux températures 575 °C et 530 °C respectivement (Cf. courbes en haut de la figure 15). Ces températures sont, à un décalage systématique près de 10 °C environ, les températures critiques que font apparaître les courbes donnant la vitesse moyenne de fluage intergranulaire. On montre ainsi que les deux types de fluage révélés par les essais de longue durée à température variable (Cf. II, 1) sont justement caractérisés par l'absence ou la présence d'une période d'incubation.

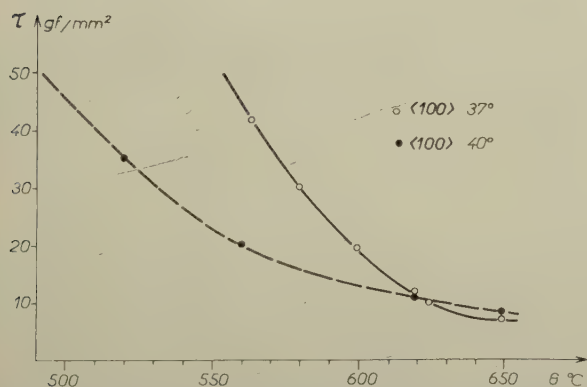


Fig. 14. — Influence de la température sur la contrainte critique pour les désorientations 37° et 40°.

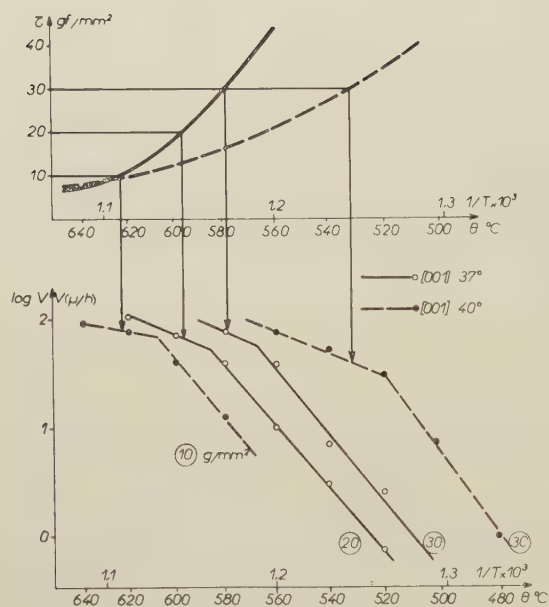


Fig. 15. — Corrélation entre les mesures de fluage global en fin d'essai et les mesures de contrainte critique pour les désorientations 37° et 40°.

4) Discussion.

Sans vouloir interpréter la période d'incubation qui précède le fluage dans certains cas, on peut s'assurer qu'elle n'est pas due à des défauts de mesure (inertie de la transmission de la force, couplage défectueux entre la mordache mobile et le palpeur du capteur), mais qu'elle correspond à un phénomène fondamental intéressant le joint de grains et qui permet le fluage de ce dernier.

Le temps d'incubation est lié à la structure intergranulaire.

Toutes choses égales par ailleurs, la désorientation a une influence sur t_0 : par exemple, à 520 °C, avec $\tau = 20$ gf/mm², le fluage de bicristaux de désorientation 50° a une période d'incubation nulle, alors que pour celui de bicristaux désorientés de 53°, t_0 égale environ 3 mn.

De plus, pour un type de bicristal donné et dans des conditions expérimentales où normalement t_0 est nul, il est possible de faire apparaître un temps d'incubation, si l'on soumet l'éprouvette à un recuit prolongé à haute température avant l'essai de fluage.

Enfin, nous le verrons plus loin, la pureté du métal de base a également une importance considérable sur la contrainte critique et sur t_0 .

On peut reproduire la période d'incubation lors de fluages successifs.

Il faut aussi s'assurer que cette incubation n'est pas un phénomène parasite, comme par exemple l'élimination ou l'évolution de défauts introduits dans le joint de

grains, lors de la mise en température de l'éprouvette serrée dans les mordaches et qui empêcheraient le fluage intergranulaire. A cette fin, nous avons voulu voir s'il est possible de reproduire le temps d'incubation sur un échantillon lors de fluages successifs sans démontage de l'éprouvette.

La première expérience consiste à montrer qu'un bicristal ayant subi un fluage dans des conditions expérimentales données peut, après maintien prolongé en température sous charge nulle, fluer à nouveau à peu près de la même façon dans les mêmes conditions. La figure 16 est la copie d'un enregistrement réalisé dans un tel essai. Il s'agit d'un bicristal désorienté de 40°, qui, à 600 °C et sous la contrainte 12 gf/mm², flue sans période d'incubation avec la vitesse initiale 10 μ/mn.

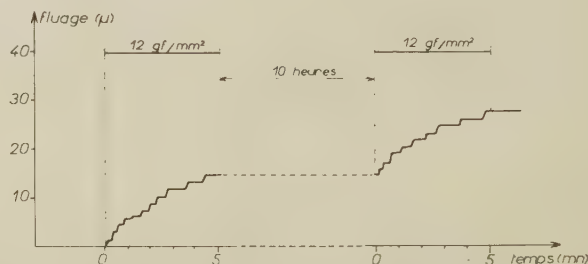


Fig. 16. — Reprise du fluage dans les mêmes conditions après un long maintien en température (600 °C) : cas où il n'y a pas de temps d'incubation pendant la première phase.

Après 5 mn, le cisaillement est supprimé alors que la vitesse de fluage est d'environ 2 μ/mn. L'échantillon est laissé 10 h en température, puis la charge 12 gf/mm² est à nouveau appliquée : le fluage a lieu de la même manière que lors de la première phase. Il s'est donc produit une restauration : à l'égard du fluage intergranulaire, on peut considérer que l'état primitif (celui qui régnait juste avant le début du premier fluage) a été régénéré par le recuit.

La deuxième expérience (fig. 17) consiste à provoquer un glissement intercrystallin sur un bicristal de même type, à la même température, mais avec une charge plus faible (10 gf/mm²). Le premier fluage débute après une incubation de 1 mn environ avec la vitesse initiale 6,5 μ/mn. Au bout de 5 mn, l'expérience est arrêtée et l'éprouvette est maintenue 7 h à 600 °C avant d'être soumise à nouveau à la même con-

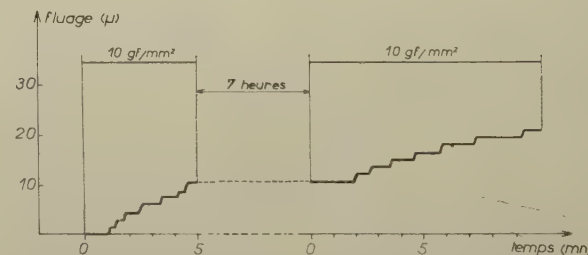


Fig. 17. — Reprise du fluage dans les mêmes conditions après un long maintien en température (600 °C) : cas où il y a un temps d'incubation pendant la première phase.

trainte de 10 gf/mm^2 . Là encore, le fluage se produit de manière analogue à celui de la première phase : t_0 égale $1,5 \text{ mn}$ environ et la vitesse initiale est $4 \mu/\text{mn}$. La période d'incubation correspond donc à une évolution structurale liée au fluage, sinon elle ne réapparaîtrait pas après une interruption, comme on vient de le voir.

Enfin, une expérience du même genre (fig. 18) montre qu'après un glissement sans incubation ($\tau = 12 \text{ gf/mm}^2$) et maintien en température sous charge nulle, un deuxième fluage sous la charge plus faible (10 gf/mm^2) est précédé par une incubation de 2 mn comme dans l'expérience précédente.

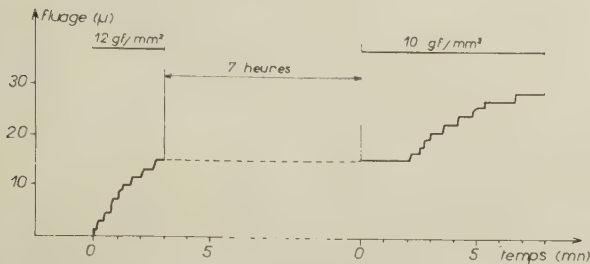


Fig. 18. — Reprise du fluage avec une contrainte moins élevée après un long maintien en température, la première phase s'étant produite sans période d'incubation.

Ces essais répétés à de nombreuses reprises dans diverses conditions, apportent la preuve que le temps d'incubation est bien lié à la température ou à la contrainte de cisaillement d'une part et à la nature du joint de grains d'autre part. Ce n'est un phénomène ni parasite, ni annexe. Pendant cette période, sous l'effet de la contrainte imposée, une modification de la structure du joint se produit, qui permet le fluage de ce dernier à partir d'un certain moment.

III. — INFLUENCE DE LA NATURE DU BICRISTAL

1) Influence de l'orientation relative des deux cristaux.

On a déjà vu (fig. 10 et 14) que le comportement au fluage de bicristaux d'orientations voisines peut être bien différent. Nombreux sont les résultats qui montrent l'importance toute particulière du facteur désorientation sur le fluage intercrystallin.

Influence spécifique de la désorientation.

Pour cette série d'essais, la température et la contrainte de cisaillement ont été fixées arbitrairement à 500°C et 40 gf/mm^2 et le fluage a été mesuré après 100 mn environ. La figure 19 montre la variation du fluage en fonction de la désorientation dans le cas de bicristaux d'axe commun $\langle 100 \rangle$. On peut noter que le fluage augmente rapidement avec la désorientation

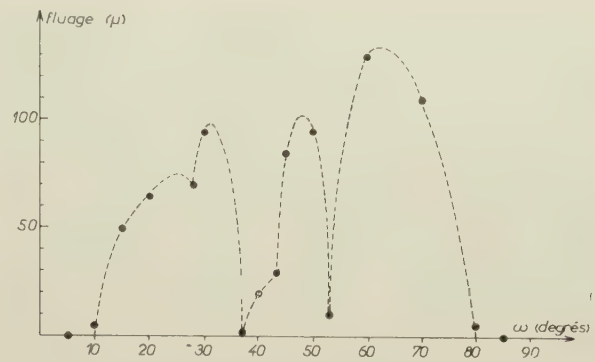


Fig. 19. — Variation du fluage intergranulaire en fonction de la désorientation, les conditions expérimentales étant fixées.

aux voisinages de 0° et 90° , mais le résultat le plus caractéristique est le suivant : pour les fortes désorientations, une légère variation de cette dernière au voisinage d'orientations particulières entraîne une variation très importante de l'aptitude au fluage intergranulaire. Ces désorientations remarquables sont 37° et 53° , correspondant aux joints de macles de faible indice (ou de haute cohérence) $\{013\}$ et $\{012\}$ respectivement.

Ajoutons qu'un résultat analogue a été obtenu pour des bicristaux de flexion symétrique désorientés autour d'un axe autre que $\langle 100 \rangle$. C'est ainsi que les joints de macles $\{111\}$, $\{112\}$ par exemple fluent notablement moins que des joints faiblement désorientés par rapport à ces orientations particulières. Le comportement au fluage des joints de grains de forte désorientation montre que ceux-ci n'ont pas une structure plus ou moins complètement désordonnée comme l'ont avancé certains auteurs [(16, 17)], mais sont au contraire bien structurés (15).

On a souvent voulu interpréter les phénomènes intergranulaires en invoquant l'énergie de joint de grains. Par une méthode originale (18), nous avons établi la courbe donnant l'énergie élastique emmagasinée par le joint en fonction de la désorientation (fig. 20), les valeurs de l'énergie étant calculées toutes les $30'$ environ.

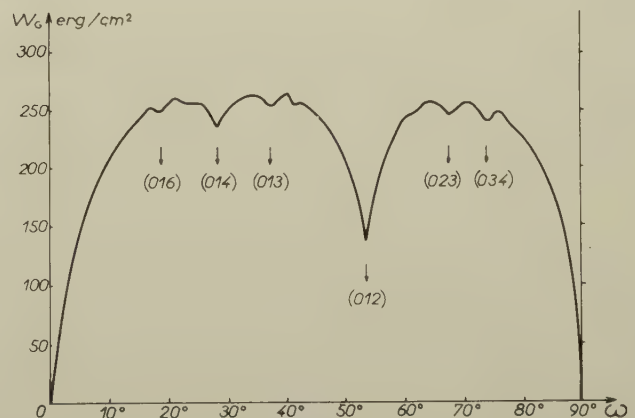


Fig. 20. — Variation de l'énergie élastique emmagasinée par un joint en fonction de la désorientation dans le cas de bicristaux de flexion symétriques d'axe commun $\langle 100 \rangle$.

On remarquera que la désorientation 53° est marquée par une chute sensible de l'énergie et qu'il n'en est pas de même pour la désorientation 37° . Dans les deux cas cependant, le fluage intergranulaire est diminué de façon spectaculaire. Bien que le calcul de l'énergie intergranulaire ne soit pas exempt de toute critique, il semble bien que des considérations énergétiques soient insuffisantes pour interpréter le fluage d'un joint de grains, d'autant que la direction de la contrainte de cisaillement dans le plan de joint s'est révélée un facteur très important, comme nous le verrons ultérieurement (Cf. III, 2).

Influence de la température pour diverses désorientations.

L'influence de la désorientation que l'on vient de noter pour des conditions expérimentales données est en fait très claire quelles que soient la température et la

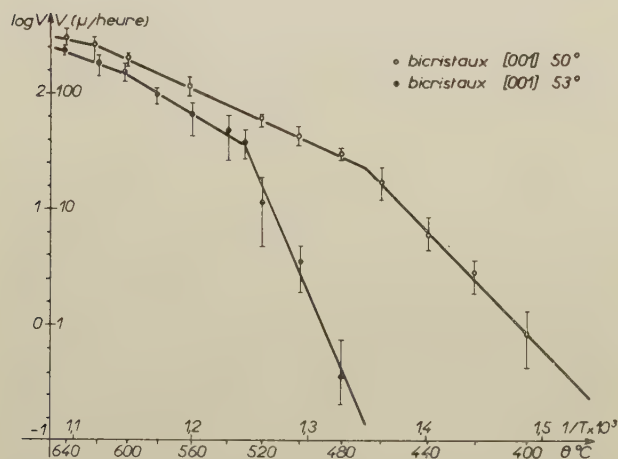


Fig. 21. — Influence de la température sur la vitesse moyenne du fluage pendant 100 mn sous la contrainte 30 gf/mm^2 pour des bicristaux désorientés de 50° et 53° .

contrainte appliquée. On l'a déjà vu (fig. 10 et 14) pour les désorientations voisines 37° et 40° . Un résultat analogue est obtenu si l'on compare la vitesse moyenne de fluage, en fonction de la température, de bicristaux désorientés de 50° et 53° . La figure 21 montre en effet qu'à toute température le fluage est plus rapide pour la désorientation 50° et qu'il existe deux températures critiques pour $\omega = 50^\circ$ et $\omega = 53^\circ$, respectivement 470°C et 530°C .

La figure 22, relative également à des bicristaux désorientés de 50° et 53° soumis à une contrainte fixe de 20 gf/mm^2 , représente cette fois la variation du logarithme de la vitesse initiale, en fonction de l'inverse de la température absolue. En fait, ce n'est pas exactement la vitesse initiale, déterminée de façon trop imprécise, qui est retenue, mais la vitesse moyenne V_1 pendant un temps très court (30 s) après que le fluage proprement dit ait débuté. Un certain nombre de caractéristiques apparaissent :

1) Comme pour les vitesses moyennes V pendant un temps assez long, à toute température, la vitesse initiale de fluage d'un bicristal désorienté de 50° est supérieure à celle d'un bicristal désorienté de 53° , sauf aux très hautes températures où les comportements sont voisins. La température critique pour $\omega = 53^\circ$ est supérieure de 35°C à celle relative à $\omega = 50^\circ$.

2) Au-dessus de θ_c , $\log V_1$ est une fonction linéaire décroissante de $1/T$ et les chaleurs d'activation apparentes qu'on peut calculer sont très différentes pour les deux désorientations : 24 kcal/mole pour $\omega = 50^\circ$ et 39 kcal/mole pour $\omega = 53^\circ$.

3) Au-dessous de θ_c , il y a une période d'incubation et l'on notera une discontinuité dans la variation de $\log V_1$, qui décroît beaucoup plus vite quand la température diminue. Cela tend encore à prouver que les phénomènes régissant le fluage intergranulaire ne sont pas les mêmes de part et d'autre des conditions critiques, tout au moins au début de celui-ci.

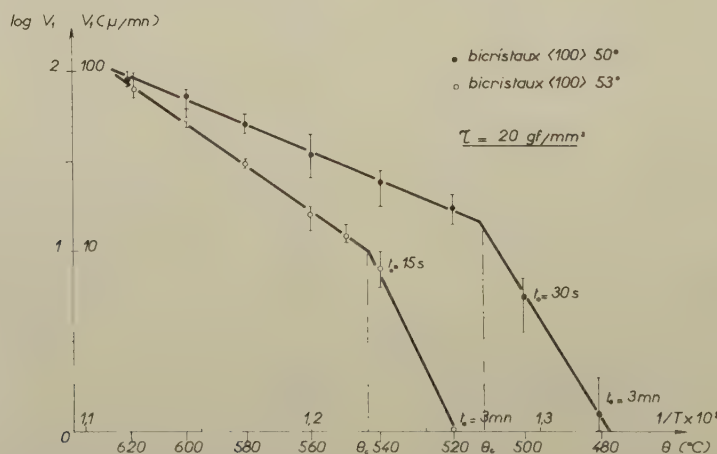


Fig. 22. — Influence de la température sur la vitesse initiale de fluage sous la contrainte 20 gf/mm^2 pour des bicristaux désorientés de 50° et 53° .

Cas particuliers des joints faiblement désorientés.

Pour cette catégorie de joints, le fluage global a été mesuré dans diverses conditions (fig. 23). Ces essais montrent d'abord que dans les conditions où nous opérons (le fluage de la masse des cristaux étant négligeable vis-à-vis du fluage intergranulaire), les joints de désorientation inférieure à 6° environ ne fluent pratiquement pas. D'autre part, lorsque ω est supérieur à 6°, le fluage croît avec la désorientation (jusqu'à 20° environ), toutes choses égales par ailleurs.

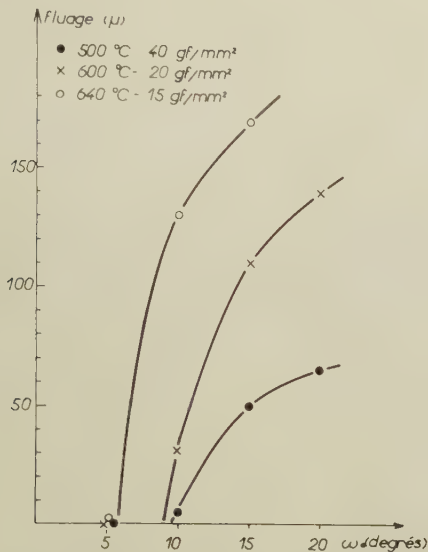


Fig. 23. — Fluages mesurés au bout de 100 mn, dans diverses conditions de température et de charge, pour des joints de faible désorientation.

2) Influence de la direction de la force exercée dans le plan de joint

Pour certaines valeurs de la désorientation ω , il a été fabriqué deux types de bicristaux pour lesquels l'axe de désorientation $\langle 100 \rangle$ est parallèle ou perpendiculaire au grand axe géométrique du bicristal; ces cristaux ont

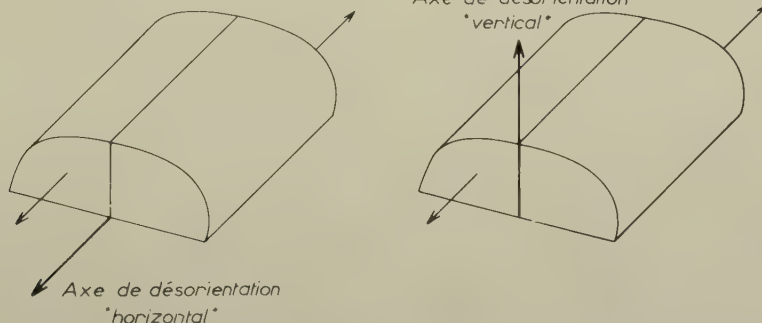


Fig. 24. — Schéma montrant la position relative de l'axe de désorientation et de la direction du cisaillement imposé dans deux familles de bicristaux.

été appelés respectivement à « axe horizontal » et à « axe vertical ». Dans les deux cas, il s'agit du même joint, possédant a priori la même structure. La force que l'on exerce lors de l'essai de fluage est parallèle ou perpendiculaire à l'axe de désorientation selon le cas (fig. 24).

Toutes choses égales par ailleurs, le fluage est plus rapide quand la force de cisaillement exercée est perpendiculaire à l'axe de désorientation Δ que lorsqu'elle lui est parallèle, dans le cas où cet axe est $\langle 100 \rangle$. Le tableau ci-dessous permet d'ailleurs de comparer, dans les deux cas et pour trois valeurs de la désorientation, les fluages mesurés au bout de 100 mn, la température d'essai étant 500 °C, la contrainte exercée 40 gf/mm².

ω \ Axe Δ		
	Horizontal	Vertical
20°	70 μ	105 μ
45°	85 μ	120 μ
70°	100 μ	190 μ

Le résultat précédent reste valable quelles que soient les conditions expérimentales. La figure 25 montre, par exemple, qu'à toute température, pour la désorientation 70°, le fluage est plus important quand l'axe Δ et la direction de la force exercée sont perpendiculaires que lorsqu'ils sont parallèles. De plus, les températures critiques sont différentes dans les deux cas (respectivement 450 °C et 490 °C).

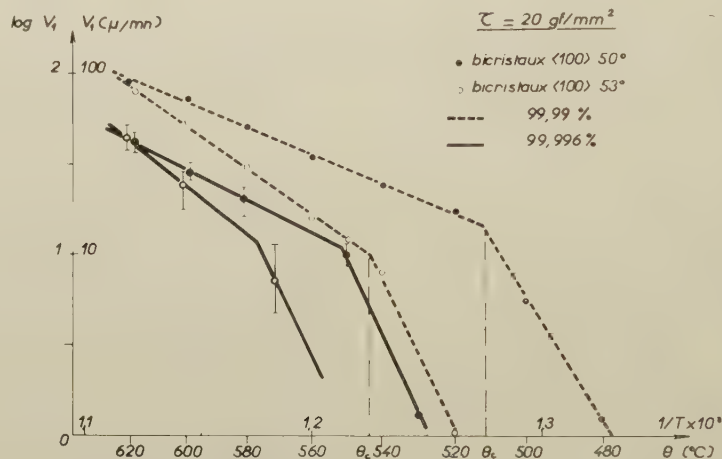
Cette anisotropie du fluage dans le joint de grains montre bien que le concept d'énergie, grandeur scalaire, est insuffisant pour interpréter correctement les résultats de fluage intercrystallin.

3) Influence de la pureté du métal de base.

L'influence de la pureté a été étudiée plus spécialement sur des bicristaux désorientés de 50° et 53° et l'on a comparé les résultats concernant les conditions

critiques et les vitesses initiales pour des échantillons préparés à partir de métaux de puretés 99,99 % et 99,996 %, ce dernier chiffre constituant d'ailleurs une limite inférieure du taux de pureté. La figure 26, qui comporte à sa partie supérieure les courbes de la figure 22 comme référence, montre que pour ces désorientations, l'effet de la purification a été d'élever la température critique relative à $\tau = 20 \text{ gf/mm}^2$ de 40 °C environ et de diminuer la vitesse initiale à une température donnée. Les chaleurs d'activation apparentes pour les températures supérieures à θ_c restent sensiblement les mêmes. De façon symétrique, à température fixée, la contrainte critique est nettement plus élevée pour le métal plus pur : par exemple, à la température 550 °C et pour la désorientation 53°, τ_c vaut 20 gf/mm² pour un métal de pureté 99,99 % alors qu'elle égale 35 gf/mm² pour le métal plus pur.

Fig. 26. — Influence de la pureté sur la vitesse initiale de fluage de bicristaux désorientés de 50° et 53° à diverses températures, sous la contrainte 20 gf/mm².



La purification d'un joint de grains a donc diminué son aptitude à fluier. Ce résultat montre bien l'absence d'une précipitation intergranulaire à haute température dans un aluminium de titre 99,99 % : en effet cette précipitation ralentirait le fluage intergranulaire. Au demeurant, l'observation de joints de grains d'aluminium en microscopie électronique faite au laboratoire (19) n'a jamais révélé l'existence de tels précipités pour les puretés dont il a été question ici.

CONCLUSION

Au cours de cette étude un certain nombre de résultats sont apparus clairement :

1) L'existence très probable de deux mécanismes (au moins) régissant le fluage intergranulaire. Pour une contrainte (ou température) donnée, il existe une température (ou contrainte) critique au-dessous de laquelle le fluage ne débute qu'après une période d'incubation.

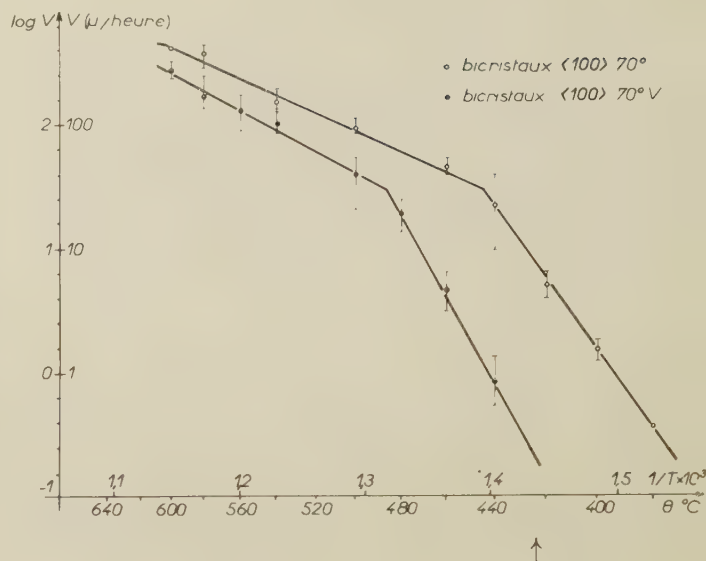


Fig. 25. — Influence de la température sur la vitesse moyenne de fluage pendant 100 mn sous la contrainte 30 gf/mm², pour des bicristaux désorientés de 70°, selon la direction de la force exercée dans le plan de joint.

2) L'influence très marquée de la désorientation même quand elle est élevée, ce qui tend à prouver que les régions intergranulaires sont bien structurées dans tous les cas.

3) La décroissance linéaire du logarithme de la vitesse initiale de fluage en fonction de l'inverse de la température absolue dans la zone de températures où il n'y a pas d'incubation, la contrainte de cisaillement étant fixée; la chaleur d'activation qu'on peut définir dépend de la désorientation.

4) L'influence de la pureté du métal de base : une plus grande pureté diminue l'aptitude au fluage intergranulaire.

5) L'influence très nette de la direction de la force de cisaillement dans le plan de joint, ce qui suggère l'idée que des considérations énergétiques ne suffisent pas à rendre compte du fluage d'un joint de grains.

D'une manière plus générale, nos expériences ont montré la grande sensibilité du fluage intergranulaire aux facteurs de structure, qui se révèle être ainsi un moyen

d'investigation précieux pour sonder la structure des joints de grains.

Nous pensons avoir dégagé de façon assez précise les principales caractéristiques du fluage intergranulaire, notamment celles qui sont en relation avec la structure du joint de grains. Notre prochaine étape sera donc de proposer un modèle qui rende compte de façon cohérente des phénomènes observés.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) W. ROSENHAIN et D. EWEN. — *J. Inst. Metals*, **10** (1913), 119.
- (2) K. E. PUTTICK et R. KING. — *J. Inst. Metals*, **80** (1951-52), 537.
- (3) F. N. RHINES, W. E. BOND et M. A. KISSEL. — *Trans. Amer. Soc. Metals*, **48** (1956), 919.
- (4) B. FAZAN, O. D. SHERBY et J. E. DORN. — *Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng.*, **200** (1954), 919.
- (5) S. K. TUNG et R. MADDIN. — *Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng.*, **209** (1957), 905.
- (6) F. WEINBERG. — *Trans. Met. Soc. AIME*, **212** (1958), 808.
- (7) J. INTRATER et E. S. MACHLIN. — *J. Inst. Metals*, **88** (1959-60), 305.
- (8) S. HARPER. — « Structural Processes in Creep », p. 56, 1961 : London (Iron Steel Inst.).
- (9) P. R. STRUTT, A. M. LEWIS et R. C. GIFKINS. — *J. Inst. Metals*, **93** (1964-65), 71.
- (10) N. R. ADSIT et J. O. BRITAIN. — *Trans. Met. Soc. AIME*, **233** (1965), 305.
- (11) K. E. PUTTICK et B. TUCK. — *Acta Met.*, **13** (1965), 1043.
- (12) B. TUCK. — *Phys. Stat. Solidi*, **8** (1965), 153.
- (13) C. GOUX. — *Mém. Sci. Rev. Met.*, **58** (1961), 661.
- (14) G. NOMARSKI et Mme A. R. WEILL. — *Mém. Sci. Rev. Met.*, **52** (1955), 121.
- (15) M. BISCONDI et C. GOUX. — *Comptes-Rendus*, **258** (1964), 2806.
- (16) N. F. MOTT. — *Proc. Phys. Soc.*, **60** (1948), 391.
- (17) R. SMOLUCHOWSKI. — *Phys. Rev.*, **87** (1952), 482.
- (18) M. BISCONDI et C. GOUX. — *Comptes-Rendus*, **264** (1967), 483.
- (19) J. LEVY et C. GOUX. — *Comptes-Rendus*, **263** (1966), 697.



